

PATENT
Attorney Docket No. 226370
Client Reference No. 201177

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:

Atarashi et al.

Application No. Unassigned

Art Unit: Unassigned

Filed: February 6, 2004.

Examiner: Unassigned

For: PRODUCTION METHOD OF N-ACYLAMINO ACID AND
SALT THEREOF

CLAIM OF PRIORITY

Mail Stop Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

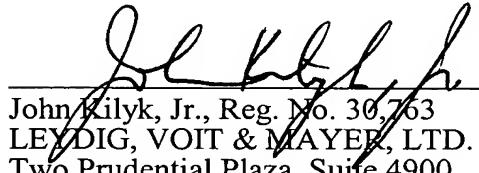
Dear Sir:

In accordance with the provisions of 35 USC 119, Applicants claim the priority of the following application or the applications (if more than one application is set out below):

Application No. 2003-031022, filed in Japan on February 7, 2003.

Certified copies of the above-listed priority documents are enclosed.

Respectfully submitted,


John Kilyk, Jr., Reg. No. 30,763
LEYDIG, VOIT & MAYER, LTD.
Two Prudential Plaza, Suite 4900
180 North Stetson
Chicago, Illinois 60601-6780
Telephone: (312) 616-5600
Facsimile: (312) 616-5700

Date: February 6, 2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application: 2003年 2月 7日

出願番号 Application Number: 特願 2003-031022

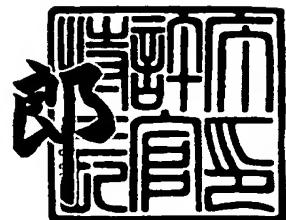
[ST. 10/C]: [JP 2003-031022]

出願人 Applicant(s): 味の素株式会社

2003年 7月 10日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

大田信一



【書類名】 特許願

【整理番号】 A5862

【提出日】 平成15年 2月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C231/00

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市大字日永1730 味の素株式会社内

【氏名】 新子 泰憲

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市大字日永1730 味の素株式会社内

【氏名】 吉原 秀樹

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社内

【氏名】 服部 達也

【特許出願人】

【識別番号】 000000066

【氏名又は名称】 味の素株式会社

【代理人】

【識別番号】 100080791

【弁理士】

【氏名又は名称】 高島 一

【電話番号】 06-6227-1156

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006965

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0214206

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 N-アシルアミノ酸およびその塩の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 塩基性条件下、リン化合物の存在下でアミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを反応させる工程を含むことを特徴とする、N-アシルアミノ酸またはその塩の製造方法。

【請求項2】 リン化合物が還元性リン化合物である請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 還元性リン化合物が亜リン酸、次亜リン酸およびそれらの金属塩からなる群より選ばれる請求項2記載の製造方法。

【請求項4】 リン化合物の添加量がアミノ酸またはその塩に対して0.5～3.8重量%である請求項1記載の製造方法。

【請求項5】 アミノ酸が酸性アミノ酸である請求項1～4のいずれかに記載の製造方法。

【請求項6】 アミノ酸がグルタミン酸またはそのナトリウム塩である請求項1～4のいずれかに記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は洗浄剤などの製造のために有用なN-アシルアミノ酸およびその塩を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

N-長鎖アシルアミノ酸のアミン塩およびアルカリ金属塩は優れた界面活性作用を有し、かつ低刺激性であることから、皮膚に対する作用が温和な洗浄剤の製造のために有用である。一般に、N-長鎖アシルアミノ酸を製造する方法としては、アミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを塩基性条件下にショッテンバウマン反応により縮合させた後、酸を用いてフリーアミノ酸として単離する方法が知られている。

【0003】

また、反応溶剤として有機溶媒と水との混合溶媒を用いて、酸性アミノ酸からN-アシル酸性アミノ酸を製造する方法が特許文献1および2に記載されている。具体的にはアセトン／水混合溶媒中で酸性アミノ酸と脂肪酸ハライドとをアルカリ存在下で縮合させた後、中和晶析あるいは加熱分層によりアシル酸性アミノ酸を分離する。しかしながら、この方法で得られたアシル酸性アミノ酸を用いて製品を製造した場合は、反応溶媒であるアセトン自身やアセトン由来の臭気物質が製品中に残存する為、臭気の点でその製品が必ずしも満足できるものではなかった。また、このような臭気は生成物を洗浄しても完全には除去することはできない。

【0004】

臭気原因の1つである有機溶媒を使用せず、水溶媒のみでアシル酸性アミノ酸を製造する方法が、特許文献3および4に開示されている。しかしながらこの方法ではアシル化物の純度が最大でも90%強程度にとどまり、高純度なものは得られにくい。しかも、この反応系は粘度が非常に高く、高濃度では攪拌が不充分となり、さらなる純度低下を起こす。従って、攪拌可能な低い濃度で反応せざるを得ず、一度に大量の目的物を得ることができず、しかも多量の溶媒を必要とするなど、経済的に不利な反応である。高濃度で経済的に反応させる方法については、特許文献4にアシル化の進行と共に反応温度を上昇させる方法が記載されているが、この方法でも依然として反応粘度は高く、設備的に負荷がかかるうえ、均一な攪拌が不充分であれば純度低下が生じ、結果として精製後に得られるN-アシルアミノ酸またはその塩中の脂肪酸含量が高くなり、臭気を生じるという問題があった。

【0005】

臭気物質を除去する方法として、特許文献5および6に、膜分離により精製する方法が挙げられているが、膜分離を行うことはコストがかかりすぎ、費用の面で不利なこと、更には臭気の原因である親水性有機溶媒の除去が困難である点から満足のいくものではなかった。

【0006】

【特許文献1】

特公昭46-8685号公報

【特許文献2】

特公昭57-47902号公報

【特許文献3】

特開平7-157795号公報

【特許文献4】

特開平5-70418号公報

【特許文献5】

特開平3-284658号公報

【特許文献6】

特開平7-2747号公報

【0007】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は、所望のN-アシルアミノ酸およびその塩を、効率よく、且つ簡便に、しかも目的物に臭気をほとんど残すことなく、高純度で製造する方法を提供することである。

【0008】**【課題を解決するための手段】**

本発明者らは上記の課題を解決すべく銳意研究を行った結果、アミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを反応させてN-アシルアミノ酸を製造するにあたり、反応を塩基性条件下、リン化合物の存在下に行うことにより、得られるN-アシルアミノ酸およびその塩に臭気をほとんど残すことがないことを見出した。しかも、この方法は効率的であり、且つ簡便であり、その上、得られるN-アシルアミノ酸およびその塩の純度が高い。

また、本発明者らは、反応溶媒として、例えば臭気の原因と考えられるアセトニンを用いて本発明の方法によりN-アシルアミノ酸およびその塩を製造しても、臭気をほとんど伴うことがないことも見出した。

【0009】

すなわち、本発明は、以下の通りである。

[1] 塩基性条件下、リン化合物の存在下でアミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを反応させる工程を含むことを特徴とする、N-アシルアミノ酸またはその塩の製造方法。

[2] リン化合物が還元性リン化合物である上記[1]の製造方法。

[3] 還元性リン化合物が亜リン酸、次亜リン酸およびそれらの金属塩からなる群より選ばれる上記[2]の製造方法。

[4] リン化合物の添加量がアミノ酸またはその塩に対して0.5～38重量%である上記[1]の製造方法。

[5] アミノ酸が酸性アミノ酸である上記[1]～[4]のいずれかの製造方法。

[6] アミノ酸がグルタミン酸またはそのナトリウム塩である上記[1]～[4]のいずれかの製造方法。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明の方法は、アミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを反応させてN-アシルアミノ酸およびその塩を製造する方法であって、反応を塩基性条件下、リン化合物の存在下に行う工程を含むことを特徴としている。

【0011】

本発明において使用されるアミノ酸の種類は特に限定されず、 α -アミノ酸、 β -アミノ酸等が挙げられ、それらは酸性でも、中性でも、塩基性でも何でもよい。具体的には、酸性アミノ酸としては、例えばグルタミン酸、アスパラギン酸、 α -アミノアジピン酸、システイン酸、ホモシステイン酸等；中性アミノ酸としてはアラニン、シスチン、グルタミン、グリシン、ロイシン、イソロイシン、メチオニン、フェニルアラニン、セリン、トレオニン、トリプトファン、チロシン、バリン等；塩基性アミノ酸としてはアルギニン、リジン等が挙げられる。アミノ酸としては、これらのうちの1種乃至は2種以上の混合物を用いてもよい。アミノ酸としては、酸性アミノ酸が好ましく、特にグルタミン酸が好ましい。また、本発明において使用されるアミノ酸としては、光学的に純粋な形態のアミノ

酸、光学異性体の任意の混合物、ラセミ体、又は純粹な形態のジアステレオマー若しくはそれらの任意な混合物及びそれらの塩の混合物などが包含される。アミノ酸の塩としては、ナトリウム、塩酸、酢酸等との塩が挙げられ、グルタミン酸ナトリウム塩が特に好ましい。以下、特に区別しない限り、「アミノ酸」とはアミノ酸またはその塩を意味する。

【0012】

本発明において使用される脂肪酸ハライドとは、飽和又は不飽和の脂肪酸ハライドであり、好ましくは炭素数8～22、より好ましくは8～18である。該脂肪酸ハライドの炭素鎖は、直鎖状でも分枝鎖状でも環状でもよく、それらが組み合わさっている様も包含する。また、炭素鎖は、1又は2以上の不飽和結合を含んでいてもよい。脂肪酸ハライドを構成するハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子、フッ素原子が挙げられ、中でも塩素原子が好ましい。好ましい脂肪酸ハライドとしては、1又は2程度の二重結合を含んでいてもよい直鎖状又は分枝鎖状の炭素鎖を有する脂肪酸ハライドが挙げられる。具体的には、カプリル酸ハライド、ラウリン酸ハライド、ミリスチン酸ハライド、パルミチン酸ハライド、ステアリン酸ハライド、オレイン酸ハライド等が挙げられる。本発明においては、これらのうちの1種だけではなく、2種以上の混合物を原料として用いてもよく、例えば、ヤシ油脂肪酸ハライド、牛脂脂肪酸ハライドといった混合脂肪酸ハライド等を用いることができる。脂肪酸ハライドの総使用量は、通常、アミノ酸1モルに対して、好ましくは0.5～2モル、より好ましくは0.7～1.1モルである。

【0013】

アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応は、アミノ酸の種類に応じて、水中あるいは親水性有機溶媒と水との混合溶媒中で行われる。親水性有機溶媒の具体例として、例えば、エタノール、イソプロピルアルコール、3-ブタノール、プロピレングリコール等の各種アルコールやアセトン、トリエタノールアミンなどが挙げられる。溶媒の使用量や混合溶媒の組成比はアミノ酸の種類によって適宜決める。例えば、アミノ酸がグルタミン酸またはその塩の場合、親水性有機溶媒と水との混合溶媒中で反応を行い、ここでいう親水性有機溶媒の具体例としてはイソブ

ロピルアルコール、3-ブタノール、プロピレンギリコール等の各種アルコールやアセトンが挙げられる。アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応に用いる反応溶媒の使用量（総量）は、反応液の流動性が保持できる範囲であれば特に限定はなく、例えば、アミノ酸と脂肪酸ハライドの総重量に対して、通常5～70重量%、好ましくは15～60重量%である。また、反応溶媒中の親水性有機溶媒の含有量は特に限定されないが、例えば、アミノ酸がグルタミン酸またはその塩の場合は、アシル化反応前のアミノ酸溶解段階では、親水性有機溶媒／水の混合溶媒中の有機溶媒濃度が好ましくは5～60重量%、より好ましくは30～60重量%である。5重量%未満ではアシル化率が低くなるという欠点があり、60重量%を越える濃度ではアシル化反応収率は良好であるものの、使用する溶媒の回収が実質的に困難である為、製品コストがアップしてしまうという欠点がある。

【0014】

アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応は塩基性条件（反応液のpHを好ましくは9～14、より好ましくは10～13の範囲）下で行う。塩基性条件とするために用いる塩基としては、その種類は特に限定されないが、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどの金属水酸化物を用いることができる。本発明における塩基の添加方法としては、一括添加と分割添加を含む。一括添加とは、反応終了後のpHが10以上となるような量を一度に添加することであり、分割添加とは、反応中、反応液のpHを好ましくは9～14、より好ましくは10～13の範囲で維持するように分割して添加することである。分割添加時に、pHが9を下回る場合も14を超える場合も共にアシル化率が低下し、結果として生成物中の遊離脂肪酸含量が高くなり、所望とするアシルアミノ酸の品質低下の原因となる。また、塩基は水溶液として添加してもよく、このときの水量も、上記アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応に用いる反応溶媒の使用量に包含される。

【0015】

本発明において使用されるリン化合物は、無機でも有機でも、還元性でも非還元性でもよく、中でも還元性リン化合物が好ましい。還元性リン化合物とは、リン原子上の酸価数が+5価未満のリン化合物であり、例えば亜リン酸、次亜リン酸及びそれらの金属塩が挙げられ、金属塩として具体的にはナトリウム塩、カリ

ウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、バリウム塩等が挙げられる。リン化合物は単独でも、2種以上を併用してもよく、併用する場合、予め混合して添加しても、別々に添加してもどちらでも良い。リン化合物は反応に用いるアミノ酸またはその塩に対して0.5～38重量%添加するのが良く、より好ましくは0.5～19重量%添加する。添加量が0.5重量%未満では得られるN-アシルアミノ酸およびその塩の臭気改善効果が劣る。また、添加量が38重量%を超える場合はN-アシルアミノ酸を取上げる際の結晶洗浄水量を増やす必要があり生産性に悪影響を及ぼす恐れがある。また、リン化合物としては金属塩を使用すると、アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応に使用する塩基量が少なくすることができ、コスト面で好ましい。

【0016】

アミノ酸と脂肪酸ハライドとの反応における反応試薬の添加順序は特に限定はなく、例えば、アミノ酸またはその塩、反応溶媒及び反応に必要なすべての量の塩基を混合させた後、その混合物中に脂肪酸クロライドを添加する；あるいはアミノ酸またはその塩、反応溶媒及び一部の塩基を混合後、反応中の反応液のpHが9～14の範囲となるように調節しながら脂肪酸クロライドと残りの塩基を添加する、などが挙げられる。上記に例示した2つの方法において、反応温度は10～70℃、好ましくは0～50℃の範囲である。

【0017】

上述の工程で生成したN-アシルアミノ酸を単離精製する方法は特に限定されず、例えば、反応終了後、反応液のpHを1～3に調整し、析出した結晶を既存の方法（例えば、遠心分離機、加圧および減圧濾過器等を用いる方法）によって分離する。分離した結晶を洗浄すれば、さらに、臭気成分や塩類などの不純物が除去され、より純度の高い目的物を得ることができる。洗浄に使用する溶媒としては特に限定はされないが、有機溶媒を使用した場合は製品中から同溶媒を完全に除去することは非常に困難なため、水を用いることが好ましい。

【0018】

反応液のpHの調整は、例えば酸を用いて行うことができ、用いる酸の種類は特に限定されないが、例えば鉄酸類、好ましくは塩酸又は硫酸などを用いること

ができる。

【0019】

得られたアシルアミノ酸の結晶は、常法により塩に変換することができる。アシルアミノ酸の塩としては、例えば、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属塩；カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属塩；アルミニウム塩；亜鉛塩；アンモニウム塩；モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の有機アミン塩；アルギニン、リジン等の塩基性アミノ酸塩等が挙げられる。

【0020】

アシルアミノ酸の塩は界面活性剤として有用であり、例えば、フリーのアシルアミノ酸にアルカリ物質を添加して溶解することにより調製することができる。ここで使用されるアルカリ物質は界面活性剤として一般に使用されるものから適宜選ぶことができ、例えば、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属およびその水酸化物、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属およびその水酸化物、アルミニウム、又は亜鉛などの金属を含むアルカリ物質およびその水酸化物、あるいはアンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の有機アミン、アルギニン、リジン等の塩基性アミノ酸等が挙げられる。

【0021】

本発明で得られるN-長鎖アシルアミノ酸およびその塩の使用用途の代表例としては工業用洗浄剤および処理剤原料、家庭用（衣料・台所・住居）洗浄原料、香粧品原料等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0022】

本発明に於ける香粧品とは、薬事法に言う医薬部外品および化粧品の総称であり、具体的には、医薬部外品としては口中清涼剤、腋臭防止剤、てんか粉類、養毛剤、除毛剤、染毛剤、パーマネントウェーブ用剤、浴用剤、薬用化粧品、薬用歯磨き類などを列挙することができ、化粧品としては、化粧石鹼、洗顔料（クリーム・ペースト状、液・ジェル状、顆粒・粉末状、エアゾール使用など）、シャンプー、リンスなどの清浄用化粧品、染毛料、ヘアトリートメント剤（クリーム

状、ミスト状、オイル状、ジェル状その他の形態の物および枝毛コート剤を含む)、ヘアセット剤(髪油、セットローション、カーラーローション、ポマード、チック、びんつけ油、ヘアスプレー、ヘアミスト、ヘアリキッド、ヘアフォーム、ヘアジェル、ウォーターグリース)などの頭髪用化粧品、一般クリーム・乳液(クレンジングクリーム、コールドクリーム、バニシングクリーム、ハンドクリームなど)、ひげ剃り用クリーム(アフターシェービングクリーム、シェービングクリームなど)、化粧水(ハンドローション、一般化粧水など)・オーデコロン、ひげ剃り用ローション(アフターシェービングローション、シェービングローションなど)、化粧油、パックなどの基礎化粧品、おしろい(クリームおしろい、固体おしろい、粉おしろい、タルカムパウダー、練りおしろい、ベビーパウダー、ボディパウダー、水おしろいなど)・パウダー、ファンデーション(クリーム状、液状、固体など)、ほお紅・まゆづみ、アイクリーム・アイシャドウマスカラなどのメークアップ化粧品、一般香水、練り香水、粉末香水などの香水類、日焼け・日焼け止めクリーム、日焼け・日焼け止めローション、日焼け・日焼け止めオイルなどの日焼け・日焼け止め化粧品、爪クリーム・エナメル・エナメル除去液などの爪化粧品、アイライナー化粧品、口紅・リップクリームなどの口唇化粧品、歯磨きなどの口腔化粧品、バスソルト、バスオイルなどの浴用化粧品などを列挙することができる。中でも、本発明品は上記に言う清浄用化粧品、頭髪用化粧品、基礎化粧品に使われることが多く、別けても清浄用化粧品での使用に最適である。

◦

また、本発明品は通常香粧品に用いられる各種の基材と併用することができる

◦

【0023】

【実施例】

本発明の実施例等で用いる分析手段などは以下の通りである。

(i) アシルアミノ酸の塩含有液のアシル化純度分析

アシルアミノ酸の塩の定量分析を、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)にて、波長210nmのUV検出器を用いて行った。HPLCの条件は次の通りである：ODSカラム(150×60mm内径)、メタノール/pH3.0リン酸水溶液=75/25(容量比)の溶離液

、溶離液流量1.0mL/min、カラム温度40℃。

アシル化純度は以下の式により求められる。

【0024】

【数1】

$$\text{アシル化純度} = \frac{\text{アシルアミノ酸の塩の重量}}{\text{アシルアミノ酸の塩の重量} + \text{脂肪酸重量}} \times 100 \text{ (%)}$$

【0025】

(ii)臭気官能評価

臭気官能評価はアシルアミノ酸の塩含有液（約30mL）をネジ口式硬質ガラス瓶（100mL、直径40mm×高さ120mm）に入れて密栓後1日放置し、社内官能評価専門パネラーが蓋を開けた直後の臭気を評価することにより行った。実施例中の評価結果については、臭気が殆ど感じられないものは○、臭気が若干感じられるものは△、臭気が強く感じられるものは×で示した。

【0026】

以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明は下記の実施例により限定されるものではない。

【0027】

実施例1：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液（サンプルA）の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、次いで亜リン酸(3 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10℃に冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(98 g)でpH10.5～11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40 モル、日本油脂（株）製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8～15℃を保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(508 g)中のアシル化純度は95%であった。

【0028】

この反応液(450 g)にイオン交換水(16 g)を加え、次いで60%硫酸(80 g)を添加してpH2とし、45℃に加熱した。次に同液にイオン交換水(437 g)加えて液温を10℃まで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水4.0Lで結晶洗浄を行った。得られた結晶(184 g)中の付着水分量は36%であった。この結晶(92 g)にイオン交換水(159 g)を加え、69℃に加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(30 g)で中和を行い、pH5.4(20℃)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。同液にイオン交換水(37 g)を添加した後に液温65℃で減圧濃縮し、その結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルA、264 g)を得た。

【0029】

実施例2：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルB)の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、次いで亜リン酸(0.7 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10℃に冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(5 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(91 g)でpH10.5~11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40モル、日本油脂(株)製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8~15℃を保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(499 g)中のアシル化純度は96%であった。

【0030】

この反応液(220 g)にイオン交換水(8 g)を加え、次いで60%硫酸(38 g)を添加してpH2とし、45℃に加熱した。次に同液にイオン交換水(214 g)加え液温を10℃まで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(1.7 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(92 g)中の付着水分量は40%であった。この結晶(91 g)にイオン交換水(135 g)を加え69℃に加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(30 g)で中和を行い、pH5.3(20℃)に調整した。次いでイオン交換水で濃度3

0%に調整した。同液にイオン交換水(37 g)を添加した後に液温65°Cで減圧濃縮し、結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液（サンプルB、234 g）を得た。

【0031】

実施例3：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液（サンプルC）の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、次いで亜リン酸(3 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10°Cに冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(94 g)でpH10.5~11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40 モル、日本油脂（株）製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8~15°Cを保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(503 g)中のアシル化純度は95%であった。

【0032】

この反応液(220 g)にイオン交換水(8 g)を加え、次いで60%硫酸(40 g)を添加してpH2とし、45°Cに加熱した。次に同液にイオン交換水(213 g)加え液温を10°Cまで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(1.7 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(90 g)中の付着水分量は37%であった。この結晶(89 g)にイオン交換水(137 g)を加え69°Cに加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(30 g)で中和を行い、pH5.3(20°C)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。次いで、イオン交換水(45 g)を添加した後に液温65°Cで減圧濃縮した。この操作を計3回繰り返し、結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液（サンプルC、254 g）を得た。

【0033】

実施例4：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液（サンプルD）の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム

水溶液(55 g)に溶解し、次いで亜リン酸(14 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10°Cに冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(146 g)でpH10.5~11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40モル、日本油脂(株)製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8~15°Cを保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(567 g)中のアシル化純度は96%であった。

【0034】

この反応液(450 g)にイオン交換水(16 g)を加え、次いで60%硫酸(88 g)を添加してpH2とし、45°Cに加熱した。次に同液にイオン交換水(436 g)加え液温を10°Cまで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(3.5 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(171 g)中の付着水分量は41%であった。この結晶(95 g)にイオン交換水(94 g)を加え69°Cに加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(29 g)で中和を行い、pH5.2(20°C)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。同液にイオン交換水(52 g)を添加した後に液温65°Cで減圧濃縮し、その結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルD、206 g)を得た。

【0035】

実施例5：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルE)の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、次いで50%次亜リン酸水溶液(6 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10°Cに冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(101 g)でpH10.5~11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40モル、日本油脂(株)製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8~15°Cを保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(514 g)中のアシル化純度は96%であった。

【0036】

この反応液(450 g)にイオン交換水(16 g)を加え、次いで60%硫酸(81 g)を添加してpH2とし、45℃に加熱した。次に同液にイオン交換水(437 g)加え液温を10℃まで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(3.5 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(193 g)中の付着水分量は42%であった。この結晶(95 g)にイオン交換水(93 g)を加え69℃に加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(29 g)で中和を行い、pH5.2(20℃)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。同液にイオン交換水(53 g)を添加した後に液温65℃で減圧濃縮し、その結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルE、203 g)を得た。

【0037】

実施例6：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルF)の製造：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、次いで次亜リン酸ナトリウム(3 g)を加え溶解した後にアセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10℃に冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(93 g)でpH10.5~11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40 モル、日本油脂(株)製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8~15℃を保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(503 g)中のアシル化純度は96%であった。

【0038】

この反応液(450 g)にイオン交換水(16 g)を加え、次いで60%硫酸(81 g)を添加してpH2とし、45℃に加熱した。次に同液にイオン交換水(437 g)加え液温を10℃まで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(3.5 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(194 g)中の付着水分量は42%であった。この結晶(95 g)にイオン交換水(92 g)を加え69℃に加熱した後に同温度にて90%トリエタノールア

ミン(27 g)で中和を行い、pH5.2(20℃)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。同液にイオン交換水(53 g)を添加した後に液温65℃で減圧濃縮し、その結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルF、202 g)を得た。

【0039】

比較例1：N-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルG)の製造(リン化合物不使用)：

グルタミン酸ナトリウム(79 g)をイオン交換水(99 g)、25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)に溶解し、アセトン(84 g)を加え、攪拌下液温を10℃に冷却した。次に25%水酸化ナトリウム水溶液(55 g)で同溶液をpH11に調整した後、25%水酸化ナトリウム水溶液(91 g)でpH10.5～11.5に調整しながらこの水溶液にヤシ油脂肪酸クロライド(90 g、0.40 モル、日本油脂(株)製)を約3時間で添加した。この時の反応温度は8～15℃を保った。酸クロライド添加後、同温度で約1時間攪拌した。得られた反応液(498 g)中のアシル化純度は95%であった。

【0040】

この反応液(220 g)にイオン交換水(8 g)を加え、次いで60%硫酸(37 g)を添加してpH2とし、45℃に加熱した。次に同液にイオン交換水(214 g)加えながら液温を10℃まで冷却することにより結晶を析出させた。この結晶を含んだ溶液を卓上小型遠心分離機により分離・採取し、次いでイオン交換水(1.7 L)で結晶洗浄を行った。得られた結晶(92 g)中の付着水分量は40%であった。この結晶(91 g)にイオン交換水(129 g)を加え69℃に加熱した後に同温度にて90%トリエタノールアミン(29 g)で中和を行い、pH5.3(20℃)に調整した。次いでイオン交換水で濃度30%に調整した。同液にイオン交換水(35 g)を添加した後に液温65℃で減圧濃縮し、その結果としてN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液(サンプルG、235 g)を得た。

【0041】

実施例1～6及び比較例1で得られたN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液に対して、アシル化純度を測定し、臭気評価(官能評価)も行った。これらの結果を表1に示した。表1の臭気評価から明らか

なように、リン化合物を添加した場合(実施例1～6)と無添加の場合(比較例1)とを比較して、得られるN-ヤシ油脂肪酸アシルグルタミン酸トリエタノールアミン塩含有水溶液から臭気がほとんど感じられないことが判明した。

【0042】

【表1】

	実施例1 (サンプルA)	実施例2 (サンプルB)	実施例3 (サンプルC)	実施例4 (サンプルD)	実施例5 (サンプルE)	実施例6 (サンプルF)	比較例1 (サンプルG)
N-ヤジ油脂肪酸アルクルミン酸 トリエタノルミン塩含有水溶液	リン化合物添加量(重量%)* 95	0.9 97	3.8 94	17.7 96	3.8 96	3.8 96	0.0 95
臭気評価(官能評価)	○	○	○	○	○	○	×

*)反応に用いるアミノ酸またはその塩に対するリン化合物の添加量(重量%)

【0043】

【発明の効果】

本発明の製造方法によれば、アミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとの反応によって得られるN-アシルアミノ酸およびその塩の臭気を大幅に改善することができる。しかも、本発明の製造方法は、効率的で、且つ簡便である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 所望のN-アシルアミノ酸およびその塩を、効率よく、且つ簡便に、しかも目的物に臭気をほとんど残すことなく製造する方法。

【解決手段】 塩基性条件下、リン化合物の存在下、アミノ酸またはその塩と脂肪酸ハライドとを反応させる。

【選択図】 なし

特願 2003-031022

出願人履歴情報

識別番号 [000000066]

1. 変更年月日 1991年 7月 2日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都中央区京橋1丁目15番1号
氏 名 味の素株式会社

2. 変更年月日 2003年 5月 12日
[変更理由] 名称変更
住 所 東京都中央区京橋1丁目15番1号
氏 名 味の素株式会社